

(19) RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
PARIS

(11) N° de publication : **2 620 129**
(à n'utiliser que pour les
commandes de reproduction)

(21) N° d'enregistrement national : **87 12536**

(51) Int Cl^a : C 12 G 3/08; A 23 L 2/30.

(12) **DEMANDE DE BREVET D'INVENTION**

A1

(22) Date de dépôt : 8 septembre 1987.

(30) Priorité :

(43) Date de la mise à disposition du public de la
demande : BOPI « Brevets » n° 10 du 10 mars 1989.

(60) Références à d'autres documents nationaux appa-
rentés :

(71) Demandeur(s) : *AROMES DE BRETAGNE, S.A.* — FR.

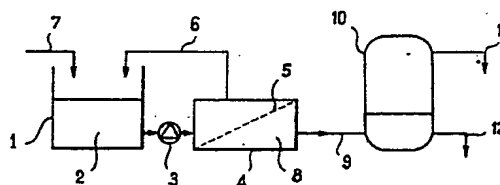
(72) Inventeur(s) : Jacques Dikansky ; Eric Terre.

(73) Titulaire(s) :

(74) Mandataire(s) : Cabinet Regimbeau, Martin, Schrimpf,
Warcoin et Ahner.

(54) Procédé de préparation d'un concentré au moins partiellement désalcoolisé à partir d'un liquide alcoolisé et
produits obtenus par ce procédé.

(57) L'invention concerne un procédé pour la préparation, à
partir d'un liquide alcoolisé, d'un produit au moins partiellement
désalcoolisé, la séparation de l'alcool et des autres consti-
tuants étant réalisée par osmose inverse. Ce procédé est
caractérisé en ce que, dans une première étape de concentra-
tion, on soumet le liquide alcoolisé à une osmose inverse dont
le perméat est constitué d'alcool et d'eau, et dont le rétentat
retient, dans une fraction du volume initial, les autres consti-
tuants du liquide de départ, et, dans une seconde étape de
désalcoolisation, on ajoute en continu au rétentat concentré
ainsi obtenu, et toujours soumis à l'osmose inverse, un apport
d'eau compatible avec le débit du perméat, la teneur en alcool
du rétentat se trouvant ainsi continuellement abaissée.



La présente invention concerne un procédé de préparation d'un produit au moins partiellement désalcoolisé à partir d'un liquide alcoolisé.

Les boissons alcoolisées et, en particulier le vin, sont très peu consommées dans certains pays du Moyen-Orient, essentiellement pour des raisons religieuses (interdiction de l'alcool).

Dans d'autres pays, traditionnellement consommateurs de boissons alcoolisées, on constate aujourd'hui une baisse de consommation de ces boissons, accompagnée d'une demande, émanant essentiellement des jeunes et des femmes, pour des breuvages à teneur nulle ou réduite en alcool.

Il existe ainsi un besoin pour des produits "désalcoolisés" obtenus à partir de boissons alcoolisées traditionnelles, et en conservant sensiblement l'apparence et le goût, mais de teneur en alcool plus faible, sinon nulle ou quasi nulle.

Des produits issus du vin et désalcoolisés partiellement sont proposés actuellement sur le marché mais leur qualité est médiocre. D'autres boissons, telles que les "wines coolers", sont issues du vin, par mélange avec d'autres ingrédients souvent sucrés, mais contiennent une quantité résiduelle d'alcool.

On a aussi proposé des concentrés de vins "désalcoolisés" par traitement de vinasses résultant de distillation du vin. Les vinasses sont soumises à une centrifugation. On élimine ensuite les impuretés puis on concentre par évaporation sous vide. On obtient alors un concentré liquide que l'on transforme en poudre par atomisation. Ce produit est de basse qualité et ne permet d'obtenir que des boissons très médiocres.

Enfin, on a récemment proposé des techniques de préparation de boissons à teneur alcoolique réduite faisant intervenir le phénomène d'osmose inverse, dans lesquelles on soumet un liquide alcoolique à une filtration sous pression à travers des membranes d'osmose inverse capables de se laisser traverser par l'eau et l'alcool, mais non les autres constituants

du liquide initialement dissous dans l'alcool et dans l'eau. Dans une telle opération, le "perméat" est constitué d'alcool et d'eau et le "rétentat" est la partie restante du liquide contenant tous les autres constituants. Si l'on récupère le rétentat ainsi obtenu et si l'on rétablit la concentration normale en eau du liquide de départ, on obtient un liquide à teneur en alcool abaissée.

Des procédés élaborés ont été décrits par exemple dans les brevets US 4.617.127, DE 34 13085 et WO 82/02405.

Dans ce dernier brevet, en particulier, on a proposé de soumettre un liquide alcoolisé naturel à trois étapes successives : une ultra-filtration, une osmose inverse appliquée à l'ultrafiltrat de l'opération précédente, suivie d'une évaporation et d'une distillation du filtrat. La boisson à faible teneur en alcool est obtenue en rassemblant le rétentat issus de l'osmose inverse et la phase aqueuse restant après distillation.

Tous ces procédés connus faisant intervenir l'osmose inverse présentent l'inconvénient de traiter de bout en bout des quantités de liquides importantes puisque le volume de liquide "désalcoolisé" produit est sensiblement égal au volume de liquide alcoolisé entrant ; ils nécessitent par conséquent des appareillages lourds et nécessairement coûteux.

De plus, s'ils permettent d'abaisser la teneur en alcool, ils ne se prêtent généralement pas à une désalcoolisation poussée permettant d'obtenir une teneur en alcool nulle ou quasi nulle.

La présente invention remédie à ces inconvénients et propose à cet effet un procédé de préparation à partir d'un liquide alcoolisé d'un produit au moins partiellement désalcoolisé par les techniques de séparation par osmose inverse.

Ce procédé est caractérisé en ce que :

- dans une première étape de concentration, on soumet le liquide alcoolisé à une opération d'osmose inverse assurant la séparation d'un perméat constitué d'alcool et d'eau et d'un rétentat concentré retenant, dans une fraction du volume initial, les autres constituants du

liquide de départ ;

- dans une seconde étape de désalcoolisation par osmose inverse, on ajoute en continu au rétentat concentré ainsi obtenu, et toujours soumis à l'osmose inverse, un apport d'eau compatible avec le débit de perméat, de telle sorte qu'on abaisse sa teneur en alcool ;

- le produit final étant ainsi un concentré liquide contenant les constituants du liquide alcoolisé de départ, mais avec une réduction de la teneur en alcool aussi poussée qu'on pousse l'opération de désalcoolisation.

De préférence, on utilise pour les deux étapes du procédé la même installation d'osmose inverse avec recyclage permanent du rétentat ; dans la phase de désalcoolisation, on apporte au rétentat un débit d'eau égal à celui du perméat.

Les membranes d'osmose inverse à utiliser de préférence dans le procédé de l'invention sont du type triacétate de cellulose effectuant une séparation ionique (10^{-3} à 10^{-4} μm) et présentant une sélectivité comprise entre 6 et 11 % sur une solution de NaCl à 1,5 g/l, à 40 bar et 15°C, ainsi qu'une perméabilité à l'eau de 35 à 45 $\text{l.h}^{-1}.\text{m}^{-2}$ dans les mêmes conditions.

Avec de telles membranes, l'osmose inverse peut être effectuée à une pression de travail comprise entre 15.10^5 Pa et 60.10^5 Pa et on préférera travailler à une pression maximale voisine de 40.10^5 Pa.

Le débit surfacique de perméat à travers la membrane d'osmose inverse est avantageusement compris entre 5 et 60 $\text{l.h}^{-1}.\text{m}^{-2}$ et, de préférence entre 20 et 25 $\text{l.h}^{-1}.\text{m}^{-2}$.

Enfin, la température de travail est sensiblement la température ambiante (entre 5 et 50°C).

Selon un mode particulier de mise en oeuvre du procédé de la présente invention, on procède, préalablement à l'osmose inverse, à une ultrafiltration et/ou à une dilution du liquide alcoolisé.

D'autres caractéristiques et avantages de la présente invention apparaîtront au cours de la lecture de la description détaillée de l'invention qui va suivre, illustrée par un dessin sur lequel la figure 1

représente schématiquement une installation préférentielle pour la mise en oeuvre du procédé.

5 Le procédé de la présente invention s'applique à la préparation de concentrés à teneur en alcool faible ou nulle à partir de liquides alcoolisés en général et, en particulier, à partir de vin. Il peut s'agir de vin de qualité normale, mais aussi de vin aigre contenant de l'acide acétique qui s'élimine avec l'alcool. Le procédé s'applique également à d'autres produits alcoolisés tels que les alcools forts et la bière.

10 Le procédé de la présente invention consiste en somme à appliquer au liquide alcoolisé une opération d'osmose inverse sur membrane avec recyclage permanent du rétentat au cours de laquelle on n'ajoute pas d'eau au rétentat pendant une première phase de concentration du liquide alors que dans une seconde phase de désalcoolisation on y ajoute de l'eau pour compenser sensiblement la perméation.

15 La figure 1 annexée illustre, schématiquement, une installation de mise en oeuvre du procédé. Selon l'invention, on introduit dans la cuve 1 une certaine quantité de liquide alcoolisé 2, par exemple du vin. On met en route l'installation d'osmose inverse comportant une pompe 3 et une unité d'osmose 4 comportant une membrane 5. Le rétentat est recyclé vers
20 la cuve 1 par l'intermédiaire d'une conduite 6, alors que le perméat est évacué.

Le perméat contient de l'eau, de l'alcool, une petite quantité d'acides "courts" tels que l'acide acétique ainsi que quelques sels minéraux. Le rétentat que l'on recycle continuellement contient, quant à lui, de l'eau,
25 de l'alcool éthylique et des "grosses molécules" (acides, tartres, colorants..).

Au fur et à mesure du recyclage du rétentat, le volume de vin diminue alors que la concentration en grosses molécules augmente et que la concentration en alcool reste constante. Ainsi, lorsque le volume a atteint par exemple le dixième du volume de départ, les grosses molécules ont été
30 concentrées 10 fois alors que la concentration en alcool reste inchangée. Toute l'opération qui vient d'être décrite constitue la phase dite de concentration.

5 A partir du moment où l'on admet de l'eau par l'intermédiaire d'une conduite 7, on commence alors la phase de désalcoolisation. En effet, le débit de perméat qui s'écoule à travers la membrane est compensé, au moins sensiblement, par l'ajout d'eau (qui est avantageusement constitué par de l'eau recyclée ou de l'eau osmosée).

10 Au fur et à mesure du recyclage du rétentat, on se débarrasse de l'alcool contenu dans le liquide tout en restant à un faible volume pratiquement constant. Cette élimination de l'alcool en opérant sur un volume réduit constitue un des intérêts industriels majeurs du procédé de l'invention. Par ailleurs, il est avantageux de disposer d'un produit fini qui est un concentré pratiquement sans alcool.

15 Le perméat 8 issu de l'installation d'osmose inverse est évacué par l'intermédiaire d'une conduite 9 vers une installation de distillation 10. On récupère alors de l'alcool 11 et une phase aqueuse 12 qui comporte quelques sels dissouts. Cette phase aqueuse peut être recyclée en direction de la cuve vers la conduite d'eau 7.

20 Bien entendu, on peut concentrer plus ou moins le vin avant de le "désalcooliser". Toutefois, il faut noter que si l'on dépasse un facteur de concentration (de réduction de volume) égal à 20, on peut se heurter à un phénomène d'obstruction de la membrane par les molécules retenues. Un facteur de concentration de l'ordre de 10 est le plus satisfaisant en pratique.

25 De même, lors de la phase d'apport d'eau (désalcoolisation), on préfère que le débit ajouté soit égal au débit de perméat de façon à travailler sensiblement à débit constant.

Le procédé de la présente invention a l'avantage de pouvoir être mis en oeuvre à température ambiante et plus généralement à une température comprise entre 5 et 50°C.

30 L'exemple qui suit est destiné à illustrer la présente invention sans toutefois en limiter la portée.

EXEMPLE

On introduit une certaine quantité de vin à 12° et une quantité équivalente d'eau dans une cuve de façon à porter le volume global à 1000 litres.

5 La température est de 30°C. L'installation d'osmose inverse comporte une membrane commercialisée par la Société Paterson Candy International sous le code T2W15. On utilise 10 m² de membrane.

10 On met en route la pompe et l'installation d'osmose de façon à ce que le débit de perméat à travers la membrane soit compris entre 20 et 30 l h⁻¹ m⁻². 900 litres de perméat sont évacués au bout de trois heures environ. Il reste alors dans la cuve, un hectolitre de concentrat à 6°. On ouvre alors l'alimentation en eau en réglant le débit sur le débit de perméat à travers la membrane.

15 Au bout de deux heures, le concentré a un degré d'alcool égal à 0,8 et au bout de trois heures, égal à 0,1. Si on continue encore la "désalcoolisation", le taux d'alcool n'est bientôt plus mesurable.

Il suffit alors de diluer 10 fois le concentré pour obtenir un vin sans alcool consommable.

20

On remarquera tout l'intérêt économique des concentrés sans alcool selon l'invention, pour la réalisation et la distribution de nouvelles boissons sans alcool ou à faible teneur en alcool.

25 Ces concentrés peuvent être conservés et vendus en l'état ou dilués et conditionnés.

On peut également les déshydrater, par exemple par lyophilisation et les conditionner sous forme de poudre à diluer dans de l'eau.

30

REVENDEICATIONS

1. Un procédé pour la préparation, à partir d'un liquide alcoolisé, d'un produit au moins partiellement désalcoolisé, la séparation de l'alcool et des autres constituants étant réalisée par osmose inverse, caractérisé en ce que :

- dans une première étape de concentration, on soumet le liquide alcoolisé à une osmose inverse dont le perméat est constitué d'alcool et d'eau, et dont le rétentat retient, dans une fraction du volume initial, les autres constituants du liquide de départ,

- dans une seconde étape de désalcoolisation, on ajoute en continu au rétentat concentré ainsi obtenu, et toujours soumis à l'osmose inverse, un apport d'eau compatible avec le débit du perméat, la teneur en alcool du rétentat se trouvant ainsi continuellement abaissée,

- le produit final étant ainsi un concentré liquide contenant les constituants du liquide alcoolisé de départ, mais avec une réduction de la teneur en alcool aussi poussée qu'on pousse l'opération de désalcoolisation.

2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que, dans la première étape de concentration, le volume initial du liquide alcoolisé est réduit d'un facteur de l'ordre de 10.

3. Procédé selon l'une des revendications 1 et 2, caractérisé en ce que l'apport d'eau dans la seconde étape de désalcoolisation se fait avec un débit sensiblement égal au débit du perméat.

4. Procédé selon l'une des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que la membrane d'osmose inverse est du type triacétate de cellulose effectuant une séparation ionique.

5. Procédé selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que l'on opère à une température comprise entre 5 et 50°C de préférence entre 25 et 35°C.

6. Procédé selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que l'on effectue l'osmose inverse à une pression de travail comprise entre 15.10^5 Pa et 60.10^5 Pa.

7. Procédé selon la revendication 6, caractérisé en ce que l'on opère à une pression voisine de 40.10^5 Pa.

5 8. Procédé selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que le débit surfacique de perméat à travers la membrane d'osmose inverse est compris entre 5 et $60.l.h^{-1}.m^{-2}$, de préférence entre 20 et $25.l.h^{-1}.m^{-2}$.

9. Procédé selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que, préalablement à l'osmose inverse, on procède à une ultrafiltration et/ou à une dilution du liquide alcoolisé.

10 10. Procédé selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que l'on soumet le perméat issu de l'osmose inverse à une distillation.

11. Procédé selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que ledit liquide est choisi parmi le vin, les alcools forts et la bière.

12. Les concentrés liquides désalcoolisés obtenus par le procédé selon l'une des revendications 1 à 11.

13. Les concentrés déshydratés obtenus à partir des concentrés liquides de la revendication 12, notamment par lyophilisation.

20 14. Les boissons obtenues par dilution des concentrés selon l'une des revendications 12 et 13.

25

30

FIG. 1